

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-233643

(43)Date of publication of application : 28.08.2001

(51)Int.Cl.

C03C 27/12

(21)Application number : 2000-378718

(71)Applicant : ASAHI GLASS CO LTD
FUJI TITAN KOGYO KK

(22)Date of filing : 13.12.2000

(72)Inventor : KAWAMOTO YOSHISANE
OOSAKO FUMINORI
OKADA HITOSHI
NAGAI KUNIKO

(30)Priority

Priority number : 11353626 Priority date : 13.12.1999 Priority country : JP

(54) DISPERSION COMPOSITION OF ITO FINE PARTICLE, COMPOSITION FOR INTERLAYER FOR LAMINATED GLASS, INTERLAYER BY USING THE SAME, AND LAMINATED GLASS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a composition capable of providing a resin molded product containing uniformly dispersed ITO fine particles and excellent in transparency by compounding the composition in various kinds of resin molded products because of the uniformly dispersed ITO fine particles, and further to provide a composition usable for an interlayer for a laminated glass for a vehicle, having a small haze value. **SOLUTION:** This dispersion composition of the ITO fine particles comprises 100 pts.wt. tin-containing indium oxide fine particles, 5-50 pts.wt. higher fatty acid ester, and a plasticizer. The composition usable for the interlayer for the laminated glass contains the dispersion composition.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2001-233643
(P2001-233643A)

(43)公開日 平成13年 8 月28日 (2001. 8. 28)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	キーワード* (参考)
C 0 3 C 27/12		C 0 3 C 27/12	F
			D
			Z

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願2000-378718(P2000-378718)
(22)出願日 平成12年12月13日(2000. 12. 13)
(31)優先権主張番号 特願平11-353626
(32)優先日 平成11年12月13日(1999. 12. 13)
(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000000044
旭硝子株式会社
東京都千代田区有楽町一丁目12番1号
(71)出願人 000237075
富士チタン工業株式会社
兵庫県神戸市北区道場町生野96番地の1
(72)発明者 河本 善実
兵庫県神戸市北区道場町生野96番地の1
富士チタン工業株式会社神戸研究所内
(74)代理人 100080159
弁理士 渡辺 望稔 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 I T O微粒子分散液組成物、合せガラスの中間膜用組成物、これを用いた中間膜および合せガラス

(57)【要約】

【課題】 I T O微粒子が均一に分散しているため、各種樹脂成形体に配合して、 I T O微粒子が均一に分散した透明性に優れる樹脂成形体を得られる組成物、およびヘイズ値が小さい車両用合せガラス中間膜に用いられる組成物の提供。

【解決手段】 スズ含有酸化インジウム微粒子100重量部、高級脂肪酸エステル5～50重量部と、可塑剤とを含む I T O微粒子分散液組成物、およびそれを含む合せガラスの中間膜用組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】スズ含有酸化インジウム微粒子、高級脂肪酸エステルおよび可塑剤を含む組成物であって、スズ含有酸化インジウム微粒子100質量部に対して、高級脂肪酸エステルを5～50質量部含むITO微粒子分散液組成物。

【請求項2】ITO微粒子分散液中における前記スズ含有酸化インジウム微粒子が、粒子径40nm以上の粒子の含有率が10%以下であるものである請求項1に記載のITO微粒子分散液組成物。

【請求項3】前記高級脂肪酸エステルが、ポリグリセリン脂肪酸エステルである請求項1または2に記載のITO微粒子分散液組成物。

【請求項4】請求項1～3のいずれかに記載のITO微粒子分散液組成物を含む合せガラスの中間膜用組成物。

【請求項5】請求項4に記載の中間膜用組成物と、ポリビニルブチラル系樹脂またはエチレン-酢酸ビニル共重合体系樹脂とを含む中間膜用樹脂材料が膜状に形成された合せガラス用中間膜。

【請求項6】ポリビニルブチラル系樹脂またはエチレン-酢酸ビニル共重合体系樹脂、スズ含有酸化インジウム微粒子、高級脂肪酸エステルおよび可塑剤の総質量100質量部に対し、スズ含有酸化インジウム微粒子0.01～10質量部および高級脂肪酸エステル0.0005～5質量部含まれてなる、請求項5に記載の合せガラス用中間膜。

【請求項7】可塑剤30質量部に対し、スズ含有酸化インジウム微粒子0.01～10質量部および高級脂肪酸エステル0.0005～5質量部含まれてなる、請求項6に記載の合せガラス用中間膜。

【請求項8】複数枚のガラス板が、請求項5～7のいずれかに記載の合せガラス用中間膜を介して積層された、合せガラス。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、スズ含有酸化インジウム（以下、「ITO」という）微粒子を含む微粒子分散液組成物に関し、特に、ITO微粒子が均一に分散しているため、各種樹脂成形体に配合して、ITO微粒子が均一に分散した透明性に優れる樹脂成形体を得ることができるITO微粒子分散液組成物に関する。例えば、車両用合せガラスの中間膜に用いて、ヘイズ値が小さく、透明で熱線遮蔽性に優れる中間膜を形成することができるITO微粒子分散液組成物、合せガラスの中間膜用組成物、これを用いた中間膜および合せガラスに関する。

【0002】

【従来の技術】ITOは、車両用窓ガラス、建築用ガラスの熱線反射膜、あるいは太陽電池や液晶ディスプレイ等の透明電極、エレクトロルミネッセンスディスプレイ

やタッチパネル等の透明導電膜などの各種の用途に用いられている。このITOからなる膜は、スパッタリング法、真空蒸着法、塗布法等により形成される。近年、ITO微粒子を用いて、これを塗料として塗布する、または樹脂中に練り込むなどして、ITO膜やITOフィルムを形成する方法が注目されている。これにより、複雑な形状への加工が可能となる。

【0003】ところで、車両用窓ガラスや建築用窓ガラスには、断熱、熱線遮蔽等の機能を考慮して、特に、車両用窓ガラスにおいては、車内に入射する太陽光の輻射エネルギーを遮蔽し、車内の温度上昇、冷房負荷を抑制するため、表面に金属酸化物の透明薄膜からなる熱線反射膜を形成したり、あるいはガラス自身の組成や着色を調整して熱線吸収性能を付与して熱線遮蔽性を改良したガラスが用いられている。しかし、ガラスの表面に金属酸化物等の薄膜を形成すると、導電性を生じるため、電波透過性が低減される。したがって、例えば、車両のキーレスエントリーシステム、あるいは将来の高速道路における自動課金システム等の電波信号による各種システムに対応できないおそれがある。

【0004】また、車両の運転席前面の窓ガラス（フロントガラス）には、事故または石等の衝突の衝撃を受けたときにも、運転者の視認性を確保するため、衝撃時に網目状に粉碎する強化ガラスではなく、合せガラスが用いられている。この合せガラスは、2枚のガラス板の間にポリビニルブチラル系樹脂やエチレン-酢酸ビニル共重合体系樹脂からなる接合中間膜を介設した構造を有するものである。

【0005】この合せガラスの中間膜に、熱線遮蔽性、電波透過性等の機能を付与すれば、車両用、建築用の窓ガラスとして有用である。そこで、特開平8-259279号公報には、2枚の透明ガラス板の間に配設する中間膜に粒径が0.2μm以下の、着色、熱線や紫外線の遮断性、電波透過性等を有する機能性超微粒子を分散した合せガラスが提案されている。

【0006】一般に、合せガラスの中間膜に微粒子が混入されていると、ヘイズ値を増大させることになる。すなわち、中間膜にITO微粒子が分配配合された合せガラスは、ヘイズ値が大きくなる傾向にある。そこで、上記公報記載の合せガラスでは、微粒子の粒子径を小さくすることでヘイズ値の増大を防ぐとされている。一方で、仮に粒子径が0.2μm以下のITO微粒子を中間膜に分散配合させようとしても、十分な分散が実現できないと、二次凝集等により中間膜のヘイズ値が増大する。上記公報には、ITO微粒子を中間膜に分散配合させる手段として、中間膜の可塑剤中にITO微粒子を分散させた後に、中間膜を膜形成することについて記載されている。しかし、このような手段によっても、ITO微粒子を十分に分散させることができない。特に、ITO微粒子の粒子径が大きいものや小さいものが混在して

いる場合には、均一性および分散性に劣るものであった。結果として、これを合せガラスの中間膜に分散させても、熱線遮蔽性能に劣ったり、あるいは粒子径が小さいITO粒子を均一に分散することができず、ヘイズ値が大きく、透視性に劣り、視認性が要求される車両用合せガラスとしては、不十分なものであった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、ITO微粒子が均一に分散しているため、各種樹脂成形体に配合して、ITO微粒子が均一に分散した透明性に優れる樹脂成形体を得ることができるITO微粒子分散液組成物の提供を目的とする。本発明は、また、合せガラスの中間膜にITO微粒子を均一に分散させて、導電性が低く熱線遮蔽性に優れる合せガラスを得ることができる中間膜用組成物およびこれを用いた中間膜、合せガラスの提供を目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、ITO微粒子が均一に分散された成形体あるいは塗膜等を得るためには、ITO微粒子が均一に分散した分散液を得ることが有効であることを知見した。特に、合せガラスの中間膜中に分散されるITO微粒子として特定の範囲の粒度分布を有するものが、熱線遮蔽性に優れるとともに、ヘイズ値の小さい中間膜を形成するために有効であることを知見し、その粒度分布を有するITO微粒子が均一に分散した分散液を得るためには、ITO微粒子に対して、高級脂肪酸エステルを特定の割合で混合することが有効であることを知見した。

【0009】本発明は、ITO微粒子、高級脂肪酸エステルおよび可塑剤を含む組成物であって、ITO微粒子100質量部に対して、高級脂肪酸エステルを10～50質量部含む、微粒子分散液組成物（以下、「本発明の液組成物」という）を提供する。

【0010】本発明は、また、前記の微粒子分散液組成物を用いた、合せガラスの中間膜用組成物（以下、「本発明の膜組成物」という）を提供する。本発明は、さらに、前記の中間膜用組成物と、ポリビニルブチラル系樹脂またはエチレン-酢酸ビニル共重合体系樹脂とを含む中間膜用樹脂材料が膜状に形成された合せガラス用中間膜を提供する。本発明は、さらにまた、複数枚のガラス板が前記の合せガラス用中間膜を介して積層された合せガラスを提供する。

【0011】本発明の液組成物または膜組成物において、ITO微粒子は、分散後の液中または膜中で粒子径が40nm以上の粒子の含有率が10%以下である粒度分布を有するものが、熱線遮蔽性に優れるとともに、ヘイズ値が大きくなるような二次凝集を防止し得る粒子径のばらつき度合いであるため、好ましい。また、ITO微粒子は、分散後の液中または膜中で粒子径が100nm以上の粒子の含有率が20%以下である粒度分布を有

するもの、特に粒子径が70nm以上の粒子の含有率が20%以下である粒度分布を有するものが、熱線遮蔽性に優れるとともに、二次凝集を防止し得る粒子径のばらつき度合いであるため、好ましい。さらに、ITO微粒子は、分散後の液中または膜中で粒子径が200nm以上の粒子の含有率が0.5%以下である粒度分布を有するものが、特に好ましい。本発明において、ITO微粒子の粒子径、粒度分布は、動的散乱式粒度分布測定法によって測定された粒子径、粒度分布である。なお、液中または膜中のITO微粒子の粒度分布は、通常は一次粒子径がある値以上の粒子の含有率を指すが、本明細書では次の意味を有する。すなわち、本発明の液組成物および膜組成物において、ITOの単一粒子からなる一次粒子の二次凝集による二次粒子は、液中または膜中で一次粒子に遜色なく作用して本発明の効果を奏する程度の粒子径を有する。したがって、本発明における粒度分布は、二次凝集の有無に拘らず、液中または膜中での無機系微粒子の粒度分布を指す。そして、本発明の液組成物および膜組成物において、一次粒子と二次粒子を含めて上記粒度分布を有することが好ましい。

【0012】このITO微粒子におけるスズ：インジウムの含有割合は、質量比にて1：99～20：80、好ましくは4：96～15：85であり、この範囲よりスズは多すぎても、少なすぎても所望とする熱線遮蔽性が得られない。

【0013】このITO微粒子は、従来公知のいずれの製造法によって得られるものでよく、特に制限されない。例えば、インジウム化合物またはスズ化合物の水溶液を加水分解させ、生成したコロイド粒子を含有するゾルを濾過洗浄した後、加熱処理する方法；インジウム・スズ混合水酸化物を有機溶媒に分散し共沸脱水した後、仮焼する方法；また反応系中の水分量を有機溶媒量以下として、インジウム塩及び錫塩の溶液にアルカリ水溶液を添加し、インジウム水酸化物と錫水酸化物の混合物を生成させ、加熱処理する方法、などのいずれの方法によって製造されたものでもよい。中でも、スズ塩およびインジウム塩の溶液にアルカリ水溶液を添加して得られる酸化スズおよび酸化インジウムの水和物を加熱処理することにより得られるITO微粒子が好ましい。この製造法において、加熱処理する際に、予め所定の粒径に解砕処理すると、粗大粒子が減少し、粒子径を均一にできる点で、有効である。

【0014】分散剤として用いられる高級脂肪酸エステルとしては、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル等が挙げられる。特に、ポリグリセリン脂肪酸エステルが好ましい。ポリグリセリンは α 位で縮合した直鎖状ポリグリセリン以外に一部 β 位で縮合した分岐状ポリグリセリンおよび環状ポリグリセリンを含有してもよい。ポリグリセリン脂肪酸エステルを構成するポリグリセリンは、数平均重

合度が(2~20であればよいが、より好ましくは2~10のものがITO微粒子の分散性の点で好ましい。

【0015】脂肪酸としては、分岐状または直鎖状の飽和または不飽和脂肪酸であり、例えば、カプロン酸、エナンチル酸、カプリル酸、ノナン酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、ベヘニン酸、パルミチン酸、イソステアリン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソノナン酸、アラキン酸などの脂肪族モノカルボン酸などが挙げられる。

【0016】本発明において、高級脂肪酸エステルとして用いられるポリグリセリン脂肪酸エステルとして、例えば、下記のグリセリン脂肪酸エステルの1種または2種以上の混合物が挙げられる。例えば、ジグリセリンモノラウレート、ジグリセリンモノパルミレート、ジグリセリンモノパルミテート、ジグリセリンモノステアレート、ジグリセリンモノオレート、ジグリセリンモノオレエート、ジグリセリンモノベヘネート、ジグリセリンモノカプリレート、ジグリセリンモノカブレート、ジグリセリンモノリノレート、ジグリセリンモノリシノレート、ジグリセリンモノアジペート、ジグリセリンモノセバシネート、ジグリセリンジラウレート、ジグリセリンジパルミレート、ジグリセリンジパルミテート、ジグリセリンジステアレート、ジグリセリンジオレート、ジグリセリンジオレエート、ジグリセリンジベヘネート、ジグリセリンジカプリレート、ジグリセリンジカブレート、ジグリセリンジリノレート、ジグリセリンジリシノレート、ジグリセリンジアジペート、ジグリセリンジセバシネート、トリグリセリンモノラウレート、トリグリセリンモノパルミレート、トリグリセリンモノパルミテート、トリグリセリンモノステアレート、トリグリセリンモノオレート、トリグリセリンモノオレエート、トリグリセリンモノベヘネート、トリグリセリンモノカプリレート、トリグリセリンモノカブレート、トリグリセリンモノリノレート、トリグリセリンモノリシノレート、トリグリセリンモノアジペート、トリグリセリンモノセバシネート、トリグリセリンジラウレート、トリグリセリンジパルミレート、トリグリセリンジパルミテート、トリグリセリンジステアレート、トリグリセリンジオレート、トリグリセリンジオレエート、トリグリセリンジベヘネート、トリグリセリンジカプリレート、トリグリセリンジカブレート、トリグリセリンジリノレート、トリグリセリンジリシノレート、トリグリセリンジアジペート、トリグリセリンジセバシネート、テトラグリセリンモノラウレート、テトラグリセリンモノパルミレート、テトラグリセリンモノパルミテート、テトラグリセリンモノステアレート、テトラグリセリンモノオレート、テトラグリセリンモノオレエート、テトラグリセリンモノベヘネート、テトラグリセリンモノカプリレート、テトラグリセリンモノカブレート、テトラグリセリンモノリノレート、テトラグリセリンモノリシノレート、テトラ

グリセリンモノアジペート、テトラグリセリンモノセバシネート、テトラグリセリンジラウレート、テトラグリセリンジパルミレート、テトラグリセリンパルミテート、テトラグリセリンジステアレート、テトラグリセリンジオレート、テトラグリセリンジオレエート、テトラグリセリンジベヘネート、テトラグリセリンジカプリレート、テトラグリセリンジカブレート、テトラグリセリンジリノレート、テトラグリセリンジリシノレート、テトラグリセリンジアジペート、テトラグリセリンジセバシネート、ヘキサグリセリンモノラウレート、ヘキサグリセリンモノパルミレート、ヘキサグリセリンモノパルミテート、ヘキサグリセリンモノステアレート、ヘキサグリセリンモノオレート、ヘキサグリセリンモノオレエート、ヘキサグリセリンモノベヘネート、ヘキサグリセリンモノカプリレート、ヘキサグリセリンモノカブレート、ヘキサグリセリンモノリノレート、ヘキサグリセリンモノリシノレート、ヘキサグリセリンモノアジペート、ヘキサグリセリンモノセバシネート、ヘキサグリセリンジラウレート、ヘキサグリセリンジパルミレート、ヘキサグリセリンパルミテート、ヘキサグリセリンジステアレート、ヘキサグリセリンジオレート、ヘキサグリセリンジオレエート、ヘキサグリセリンジベヘネート、ヘキサグリセリンジカプリレート、ヘキサグリセリンジカブレート、ヘキサグリセリンジリノレート、ヘキサグリセリンジリシノレート、ヘキサグリセリンジアジペート、ヘキサグリセリンジセバシネート、デカグリセリンモノラウレート、デカグリセリンモノパルミレート、デカグリセリンモノパルミテート、デカグリセリンモノステアレート、デカグリセリンモノオレート、デカグリセリンモノオレエート、デカグリセリンモノベヘネート、デカグリセリンモノカプリレート、デカグリセリンモノカブレート、デカグリセリンモノリノレート、デカグリセリンモノリシノレート、デカグリセリンモノアジペート、デカグリセリンモノセバシネート、デカグリセリンジラウレート、デカグリセリンジパルミレート、デカグリセリンパルミテート、デカグリセリンジステアレート、デカグリセリンジオレート、デカグリセリンジオレエート、デカグリセリンジベヘネート、デカグリセリンジカプリレート、デカグリセリンジカブレート、デカグリセリンジリノレート、デカグリセリンジリシノレート、デカグリセリンジアジペート、デカグリセリンジセバシネート、ポリグリセリンモノラウレート、ポリグリセリンモノパルミレート、ポリグリセリンモノパルミテート、ポリグリセリンモノステアレート、ポリグリセリンモノオレート、ポリグリセリンモノオレエート、ポリグリセリンモノベヘネート、ポリグリセリンモノカプリレート、ポリグリセリンモノカブレート、ポリグリセリンモノリノレート、ポリグリセリンモノリシノレート、ポリグリセリンモノアジペート、ポリグリセリンモノセバシネート、ポリグリセリンジラウレート、ポリグリセ

リンジパルミレート、ポリグリセリンパルミテート、ポリグリセリンジステアレート、ポリグリセリンジオレート、ポリグリセリンジオレエート、ポリグリセリンジベヘネート、ポリグリセリンジカプリレート、ポリグリセリンジカプレート、ポリグリセリンジリノレート、ポリグリセリンジリシノレート、ポリグリセリンジアジペート、ポリグリセリンジセバシネート、ポリグリセリンポリラウレート、ポリグリセリンポリパルミレート、ポリグリセリンポリパルミテート、ポリグリセリンポリステアレート、ポリグリセリンポリオレート、ポリグリセリンポリオレエート、ポリグリセリンポリベヘネート、ポリグリセリンポリカプリレート、ポリグリセリンポリカプレート、ポリグリセリンポリリノレート、ポリグリセリンポリリシノレート、ポリグリセリンポリアジペート、ポリグリセリンポリセバシネートなど、あるいは、これら以外にも各種飽和脂肪酸、不飽和脂肪酸、直鎖型脂肪酸、分岐型脂肪酸などとポリグリセリンとのエステル結合体などが挙げられる。

【0017】本発明で高級脂肪酸エステルとして用いられるポリグリセリン脂肪酸エステルの具体例として、味の素社から商品名「アジスパー」として市販されているもの、阪本薬品工業社から商品名「SYグリスター」として市販されているものなどが挙げられる。

【0018】本発明の液組成物または膜組成物の必須成分である可塑剤は、用途に応じて適宜選択され、特に限定されない。例えば、一塩基酸エステル、多塩基酸エステル等の有機可塑剤；有機リン酸系、有機亜リン酸系等のリン酸系可塑剤などが用いられる。

【0019】上記一塩基酸エステルとしては、例えば、トリエチレングリコールと、酪酸、イソ酪酸、カプロン酸、2-エチル酪酸、ヘプタン酸、n-オクチル酸、2-エチルヘキシル酸、ペラルゴン酸（n-ノニル酸）、デシル酸等の有機酸との反応によって得られるグリコール系エステルが好ましい。上記以外に、テトラエチレングリコール、トリプロピレングリコールと、上記有機酸との反応によって得られるエステルも使用することができる。

【0020】上記多塩基酸エステルとしては、例えば、アジピン酸、セバチン酸、アゼライン酸等の有機酸と、炭素数4～8の直鎖状または分岐状アルコールとの反応によって得られるエステルが挙げられる。また、リン酸系可塑剤としては、例えば、トリブトキシエチルホスフェート、イソデシルフェニルホスフェート、トリイソプロピルホスフェート等が挙げられる。

【0021】上記可塑剤の中で、特に、トリエチレングリコール-ジ-2-エチルブチレート、トリエチレングリコール-ジ-2-エチルヘキソエート、トリエチレングリコール-ジ-カプリレート、トリエチレングリコール-ジ-n-オクトエートの他、ジブチルセバケート、ジオクチルアゼレート、ジブチルカルビトールアジペー

ト等が好適に用いられる。これらは単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。

【0022】本発明の液組成物または膜組成物において、ITO微粒子と高級脂肪酸エステルとの含有割合は、ITO微粒子100質量部に対して、高級脂肪酸エステル5～50質量部の割合であり、分散性と熱線遮蔽性とを両立させる観点から、ITO微粒子100質量部に対して、高級脂肪酸エステル10～35質量部の割合が好ましい。

【0023】また、液組成物における可塑剤の含有割合は、分散性が良く、均一にITO微粒子を分散できる観点から、ITO微粒子100質量部に対して20～2000質量部の範囲が好ましく、特に60～1000質量部の範囲が好ましい。

【0024】本発明の液組成物は、前記の成分以外に、分散時に粘度を下げ、分散性を良くする目的で、有機溶剤等を含んでいてもよい。有機溶剤としては、トルエン、キシレン、高沸点石油炭化水素、n-ヘキサン、シクロヘキサン、n-ヘプタンなどの炭化水素系溶剤、塩化メチレン、クロロホルム、ジクロロエタンなどのハロゲン化炭化水素系溶剤、ジオキサン、テトラヒドロフラン、ブチルエーテル、ブチルエチルエーテル、ジグライムなどのエーテル系溶剤、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン、イソホロンなどのケトン系溶剤、酢酸エチル、酢酸ブチル、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、2-メトキシプロピルアセテートなどのエステル系溶剤、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、イブチルアルコール、t-ブチルアルコール、アミルアルコール、n-ヘキシルアルコール、n-ヘプチルアルコール、2-エチルヘキシルアルコール、ラウリルアルコール、ステアリルアルコール、シクロペンタノール、シクロヘキサール、ベンジルアルコール、p-t-ブチルベンジルアルコールなどのアルコール系溶剤、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテルなどのアルキレングリコールのモノエーテル系溶剤の他、ジメチルアセトアミド、ジメチルホルムアミドなどのアミド系溶剤、等が挙げられ、これらは本発明の液組成物または膜組成物の用途により適宜選択され、またこれらは単独または2種以上を混合して適宜使用することができる。

【0025】本発明の分散液組成物の製造は、ITO微粒子、高級脂肪酸エステルおよび可塑剤、ならびにその他必要に応じて配合される成分、例えば、有機溶剤を、ロールミル、ボールミル、サンドグラウンドミル、ペイントシェーカー、ニーダー、ディゾルバー、超音波分散機

などを、適宜用いて分散することで製造できる。

【0026】分散は、ITO微粒子の粒度分布、ITO微粒子、高級脂肪酸エステルおよび可塑剤の配合割合、使用する分散装置などに応じて適宜調整される。

【0027】本発明の液組成物は、その製造に当り、可塑剤の量を適宜調整することにより、そのまま合せガラスの製造に供し得る濃度のものとすることもできるし、また濃厚物の形態で保管、運搬し、使用者において可塑剤または溶剤で薄めて適当な濃度に調整して使用することもできることはもちろんである。

【0028】本発明の液組成物は、車両用合せガラスの中間膜を形成するためのITO微粒子分散組成物として好適であり、ヘイズ値が小さく、透明で熱線遮蔽性に優れる中間膜を形成することができる。また、車両用合せガラスの中間膜用の材料だけではなく、ITO微粒子の分散性に優れるため、車両用または建築用窓ガラスに使用される熱線遮蔽フィルム等の用途にも適用可能である。本発明の液組成物に、中間膜の主構成樹脂、さらに必要に応じて、可塑剤、他の添加剤等を配合して、合せガラスの中間膜用組成物とすることができる。

【0029】中間膜の主構成樹脂としては、ポリビニルブチラル系樹脂、エチレン-酢酸ビニル共重合体系樹脂等が挙げられる。さらに他の添加剤としては、紫外線吸収剤、光安定剤、酸化防止剤、接着力調整剤、着色剤等が挙げられる。紫外線吸収剤としては、例えば、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール(チバガイギー社製、商品名:チヌビンP)、2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール(チバガイギー社製、商品名:チヌビン320)、2-(2'-ヒドロキシ-3'-tert-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール(チバガイギー社製、商品名:チヌビン326)、2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール(チバガイギー社製、商品名:チヌビン328)等のベンゾトリアゾール系が挙げられる。また、上記光安定剤としては、ヒンダードアミン系のものとして、例えば、旭電化社製、商品名:アデカスタブLA-57などが挙げられる。

【0030】上記酸化防止剤としては、フェノール系のものとして、例えば、住友化学社製、商品名:スミライザーBHT、チバガイギー社製、商品名:イルガノックス1010等が挙げられる。上記接着力調整剤としては、例えば、カルボン酸の金属塩、すなわち、オクチル酸、ヘキシル酸、酪酸、蟻酸等のカリウム塩などが挙げられる。

【0031】上記のように得られる中間膜用組成物と中間膜の主構成樹脂とを用いて、ヘイズ値が小さく、透明で熱線遮蔽性に優れる合せガラス用中間膜が得られる。すなわち、中間膜用組成物に、中間膜の主構成樹脂と必

要に応じて添加される添加剤とを混練し、膜状に形成して、中間膜が得られる。この場合、中間膜の主構成樹脂、スズ含有酸化インジウム微粒子、高級脂肪酸エステルおよび可塑剤の総質量100質量部に対し、スズ含有酸化インジウム微粒子0.01~10質量部および高級脂肪酸エステル0.0005~5質量部含まれていることは好ましい。

【0032】ところで、分散性の向上の観点から、中間膜に必要な可塑剤に対して少ない量の可塑剤を用いてITO微粒子を分散した分散液組成物を作製した後に、中間膜用組成物を作製することがある。こうした場合、中間膜を形成する場合には、分散液組成物にさらに可塑剤を加えた後に、中間膜を形成することになる。そこで、合せガラス用中間膜は、可塑剤30質量部に対し、スズ含有酸化インジウム微粒子0.01~10質量部および高級脂肪酸エステル0.0005~5質量部含まれてなる中間膜形成用樹脂材料から形成されていることが好ましい。

【0033】上記好ましい配合割合により作製された中間膜を用いることによって、次のような効果がある。すなわち、こうして作製された中間膜を複数枚のガラス板間に介在させて、複数枚のガラス板が中間膜を介して積層された合せガラスを作製する。こうして、車両用窓ガラスに適した、小さなヘイズ値であり、所望の熱線遮蔽性に優れかつ電波透過性能を有する合せガラスが得られる。

【0034】

【実施例】以下、本発明の実施例および比較例によって、本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらの例に限定されるものではない。

【0035】(実施例1) ITO微粒子(Sn:In=1:9)1200g、ポリグリセリン脂肪酸エステル(味の素(株)製、アジスパー)240g、および可塑剤2560gを、シンマルエンタープライゼス製ビーズミルECM-PILOTに投入し、7時間処理して、ITO分散液を製造した。この例は、ITO微粒子100質量部に対し、高級脂肪酸エステルが20質量部である例である。

【0036】(実施例2) ITO微粒子およびポリグリセリン脂肪酸エステルの使用量を、それぞれ2000gおよび200gとした以外は、実施例1と同様にしてITO分散液を製造した。この例は、ITO微粒子100質量部に対し、高級脂肪酸エステルが10質量部である例である。

【0037】(比較例1) ポリグリセリン脂肪酸エステルおよび可塑剤の使用量を、それぞれ6gおよび2794gとした以外は、実施例1と同様にしてITO分散液を製造した。この例は、ITO微粒子100質量部に対し、高級脂肪酸エステルが0.5質量部の例である。

【0038】(比較例2) ポリグリセリン脂肪酸エステ

ルおよび可塑剤の使用量を、それぞれ700gおよび2100gとした以外は、実施例1と同様にしてITO分散液を製造した。この例は、ITO微粒子100質量部に対し、高級脂肪酸エステルが58質量部である例である。

【0039】評価

実施例1および2、ならびに比較例1および2で得られたITO分散液について、それぞれ粒度分布、可視光透過率およびヘイズ値を測定し、さらに、合せガラスのヘイズ値を測定した。結果を表1に示す。

【0040】粒度分布は、粒度分布測定装置（堀場製作所製、LB-500）により、粒子径40nm以上および70nm以上の粒子の割合を測定した。このとき、具体的には、LB-500の使用取扱書に記載された標準使用方法に基づいて、同じ分散液について100回のデータ取り込み解析を行った。なお、データ取り込み1回につき、50回の反復演算を行った。

【0041】分散液の可視光域での全光線透過率およびヘイズ値は、分散液中のITO濃度を10%とし、2枚のガラス板間に液の厚みが約0.1mmとなるように挟んだもので評価した。

表 1

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2
粒度分布（粒子径40nm以上の粒子の割合（%））	7.8	8.6	凝集	23.2
粒度分布（粒子径70nm以上の粒子の割合（%））	0.7	3.5	凝集	14.0
分散液の全光線透過率（%）	75.0	74.5	—	63.7
分散液のヘイズ値（%）	0.8	0.9	—	10.3
合せガラスのヘイズ値（%）	0.2	0.3	—	3.7

【0045】

【発明の効果】本発明の液組成物は、ITO微粒子が均一に分散しているため、各種樹脂成形体に配合して、ITO微粒子が均一に分散した透明性に優れる樹脂成形体を得ることができる。例えば、車両用合せガラスの中間

【0042】ヘイズ値は、ヘイズメータにより測定した。

【0043】合せガラスのヘイズ値

実施例1で得られた分散液5g、ポリビニルブチラル樹脂500gおよび可塑剤としてさらに、195gを配合して樹脂組成物を調製した。この樹脂組成物を熔融混練した後に、プレス成形機にて膜状に成形し、合せガラス用中間膜を得た。同様に、実施例2で得られた分散液3g、ポリビニルブチラル樹脂500gおよび可塑剤としてさらに、197gを配合して調製した樹脂組成物から、合せガラス用中間膜を得た。また同様に、比較例2で得られた分散液5g、ポリビニルブチラル樹脂500gおよび可塑剤としてさらに、195gを配合して調製した樹脂組成物から、合せガラス用中間膜を得た。こうして得られたそれぞれの中間膜を、厚さ2mmの2枚のガラス板間に介在させ、予備圧着後にオートクレーブ内で本圧着し、各例に係る合せガラスを得た。次に、ヘイズメータによって、合せガラスのヘイズ値を測定した。

【0044】

【表1】

膜に用いて、ヘイズ値が小さく、透明で熱線遮蔽性に優れる中間膜を形成することができる。また、本発明の中間膜用組成物は、ヘイズ値が小さく、透明で熱線遮蔽性に優れる車両用合せガラスを得ることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 大迫 史憲

兵庫県神戸市北区道場町生野96番地の1
富士チタン工業株式会社神戸研究所内

(72)発明者 岡田 均

兵庫県神戸市北区道場町生野96番地の1
富士チタン工業株式会社神戸研究所内

(72)発明者 永井 久仁子
神奈川県愛甲郡愛川町角田字小沢上原426
番1 旭硝子株式会社内